

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-232798

(43)Date of publication of application : 16.10.1991

(51)Int.Cl.

C30B 29/28

C30B 19/12

C30B 25/18

(21)Application number : 02-025849

(71)Applicant : NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT>

(22)Date of filing : 05.02.1990

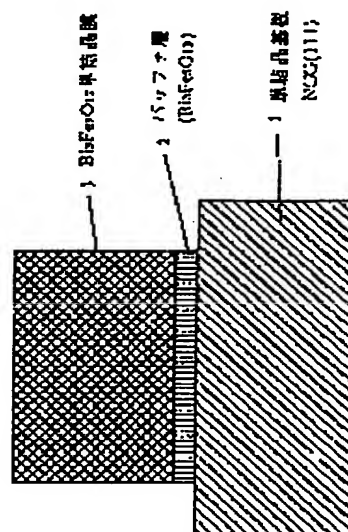
(72)Inventor : MINO SHINJI
MATSUOKA SHIGETO
ONO KENICHI

(54) METHOD FOR FORMING GARNET THIN FILM

(57)Abstract

PURPOSE: To improve the surface smoothness of a garnet thin film by depositing a buffer layer on a garnet single crystal substrate at a specific deposition temperature and forming a garnet thin film on the buffer layer.

CONSTITUTION: A chemically cleaned garnet single crystal substrate 1 having a composition of e.g. $\text{Nd}_3\text{Gd}_5\text{O}_{12}$ [NGG(111)] is placed in a vacuum chamber, the chamber is evacuated and a gaseous mixture of Ar and O_2 is introduced into the chamber. A buffer layer 2 having a composition of e.g. $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ and a film thickness of 1–100nm is formed on the substrate by an ECR sputtering process using a target consisting of a sintered material having a composition of e.g. $\text{Bi}_4\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ and heating the substrate 1 at a prescribed temperature. The substrate temperature is lowered by 50–250° C and a garnet single crystal film 3 having a composition of $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ is formed on the buffer layer 2 by sputtering to obtain the objective thin garnet film having high quality.



BEST AVAILABLE COPY

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-232798

⑬ Int. Cl.⁵

C 30 B 29/28
19/12
25/18

識別記号

庁内整理番号

7158-4C
8618-4C
7158-4C

⑭ 公開 平成3年(1991)10月16日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 ガーネット薄膜の形成方法

⑯ 特 願 平2-25849

⑰ 出 願 平2(1990)2月5日

⑱ 発 明 者 美 野 真 司 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内

⑲ 発 明 者 松 岡 茂 登 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内

⑳ 発 明 者 小 野 堅 一 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 日本電信電話株式会社内

㉑ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

㉒ 代 理 人 弁理士 雨 宮 正 季

明細書

発明の名称

ガーネット薄膜の形成方法

特許請求の範囲

(1) ガーネット単結晶基板上に、あらかじめバッファ層を堆積させ、その上にガーネット薄膜を形成することを特徴とするガーネット薄膜の形成方法。

(2) 前記バッファ層がガーネットからなり、その形成温度が、その上に堆積されるガーネット薄膜の形成温度より高いことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のガーネット薄膜の形成方法。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はガーネット薄膜の形成方法、さらに詳細には高度光通信や情報処理に不可欠な光アイソレータや光サーキュレータや光メモリー、あるいは

空間光変調器に用いられる高品質なガーネット薄膜の新しい形成方法に関するものである。

(従来の技術)

現在、光アイソレータや光サーキュレータに用いられる鉄基ガーネット薄膜(一般式 $R_3Fe_5O_{12}$ で表され、通常Rは希土類や、B1等)は、液相エピタキシャル(LPE)法やスパッタ法を用いて形成されている。

このガーネット薄膜は、通常、ファラデー回転を利用し、光を膜面に垂直に透過あるいは膜面内に導波させて用いるため、必要とされる膜厚も1 μm 以下から数百 μm までと幅広く、その範囲で膜表面における光散乱を防止するため、膜表面平滑な良質膜の形成が望まれている。

一方、その磁気光学的な性能を向上させるために、B1等の元素をガーネット中の希土類元素と置換する試みも行なわれているが、B1を高濃度置換するためには、非熱平衡的形成法であるスパッタ法が有力とされている。

(発明の解決する問題点)

しかしながら、スパッタ法は、高濃度B1置換を実現するには確かに適しているが、表面平滑性に優れた良質のガーネット薄膜を、高濃度B1置換された状態で再現性よく形成するには問題があった。

本発明は、上述の問題点に鑑みなされたものであり、表面平滑性に優れた良質のガーネット薄膜を再現性よく提供することを目的とする。

(問題を解決するための手段)

かかる目的を達成するために、本発明の形成方法は、スパッタ法によってガーネット薄膜を形成する際、ガーネット単結晶基板上に、あらかじめ厚くバッファ層を堆積させ、その上にガーネット薄膜を形成することを特徴とし、そのバッファ層がガーネットからなり、その形成温度が、その上に堆積されるガーネット膜形成時の温度より高いことを特徴とする。

($Gd_3Ga_5O_{12}$)、あるいはそれらに他の元素を添加した基板であっても同様な効果が得られる。

バッファ層およびガーネット薄膜は本発明において基本的に限定されるものではない。以下の実施例においては、実施例1のB1完全置換組成の場合を特に詳細に説明したが、B1が入っていないガーネット膜、あるいは本実施例6に示したような希土類サイトにY以外のGd、Ce等が入ったガーネット膜、あるいは鉄サイトをAl、Ga等他の元素で置換したガーネット膜の形成においても同様に形成方法が有効である。

一般にバッファ層の形成温度と、上地のガーネット薄膜の形成温度の差は、好ましくは50〜250℃である。50℃未満であると、バッファ層を設けた効果が発揮しにくく、一方250℃を越えると、かえって膜表面が荒れる恐れがあるからである。

しかも、そのバッファ層の膜厚としては、1〜100nmの範囲にあることが望ましい。それが

(作用)

本発明による形成法によれば、高濃度B1置換ガーネット等の高性能材料薄膜でも、スパッタ法を用いて、再現性よく表面平滑性に優れた状態で形成できるという利点がある。

この結果、膜面に垂直に入射した透過光の散乱損失、および光導波時の散乱損失を低減できる効果もある。

(発明の具体的説明)

本発明をさらに詳しく説明する。

本発明においては、ガーネット単結晶基板上に、バッファ層を形成し、さらにガーネット薄膜を形成する。

本発明に使用されるガーネット単結晶基板は、本発明において基本的に限定されるものではない。例えば、後述の実施例1に示したNGG(111)基板、本実施例3でも示したSGG($Sm_3Ga_5O_{12}$)やGGG

1nm未満では、単層膜と同じく再現性、表面平滑性に問題があった。同様に、それが100nmをこえると、単層膜と同じく表面平滑性が悪化するためである。

しかもその形成法は、ここで特に説明したECRスパッタ法に限らず、rf2極スパッタ法や、本実施例8に示したマグネトロンスパッタ法等の通常のスパッタ法で形成する場合でも有効である。

(実施例)

第1表に本発明の実施例をまとめて示した。

以下、実施例1を例にとり、詳細に説明する。

真空槽をあらかじめ、 1×10^{-6} Torr以下に排気した後、アルゴン-酸素混合ガスを真空槽に導入しガス圧を 3×10^{-4} Torrに設定する。B14Fe5O12の組成をもつ焼結体をターゲットとして、ECRスパッタ装置を用いて膜の形成を行なう。

ガーネット単結晶基板として、化学洗浄した2インチ径の(111)面NGG

($\text{Nd}_3\text{Gd}_5\text{O}_{12}$) を用い、真空中で酸素プラズマクリーニング処理を施した後、まず基板温度を550℃に設定し、2nmの厚さに第1層を形成する。

次に、この層をバッファ層として、基板温度を400℃に設定した後、このバッファ層上に連続して800nmの厚さに同じガーネット膜を形成した。

このようにして得られた膜は、ほぼ、

$\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ の化学量論組成(Bi完全置換組成)を持つガーネット単結晶であった。第1図にこの成長法により得られたガーネット薄膜の模式図を示す。

この図より明らかなようにガーネット単結晶基板(NGG)1状にバッファ層

($\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$) 2が設けられ、このバッファ層2上にさらにガーネット膜

($\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$) が形成された構造になっている。

一方、単純にNGG(111)基板上に形成した

場合でも、単結晶膜が得られるが(比較例1)、先に説明した実施例1の膜は、この比較例1の単層膜に比べてはるかに平滑な表面モロロジーを有している。第2図はバッファ層の有無による膜表面モロロジーの差異を示した12000倍の顕微鏡写真である。(a)が実施例1の膜に、(b)が比較例1の単層膜に相当している。

この第2図の顕微鏡写真より明らかなように、本発明の表面モロロジーは従来のものに比較して良好な特性を示すことがわかった。

この膜の面内に波長1.55 μm の光を導波させた場合、散乱損失は35dB/cmとなり、導波型の磁気光学的性能指数(ファラデー回転角/損失)は約100deg/dBとなった。バッファ層を持たない単層膜は、散乱損失が大きすぎて光は全く導波できなかった。このように、バッファ層の設定によって、表面平滑性の高い良質なガーネット薄膜が得られるようになった。

このようなバッファ層による膜表面平滑化の効果は、先のBi完全置換膜を形成する場合、膜形

成温度360℃から600℃の範囲の膜において認められた。ただしバッファ層の形成温度は膜形成温度よりも高いことが必要であった。

一般にバッファ層の形成温度が高い程、その上に形成する膜の表面平滑性が向上する。例えば、400℃で先のBi完全置換膜を形成する場合、バッファ層の形成温度は450℃から650℃の間に設定した方が好ましい。形成温度が450℃未満では、バッファ層の効果がなく、450℃以上650℃以下では高温であるほど表面平滑性が向上し、650℃を越える温度ではかえって膜表面が荒れるためである。

(以下余白)

第1表 本発明の実施例

番号	バッファ層		上地層		組成	スパッタ法	ガス圧 (Torr)	表面	弾性損失 (dB/cm)	フアラデー回転 at 1.55 μ m (deg/cm)	基板	基板の前処理
	形成温度 (°C)	膜厚 (nm)	形成温度 (°C)	膜厚 (nm)								
実施例1	550	2	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	35	3100	NOO(111)	プラズマ洗浄
比較例1	なし	なし	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	測定不能	3000	NOO(111)	プラズマ洗浄
比較例2	なし	なし	500	400	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	白濁	測定不能	3800	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例2	600	3	420	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	80	3500	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例3	420	2	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	測定不能	2900	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例4	550	12	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	60	3400	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例5	550	6	430	900	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	54	3600	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例6	600	2	460	1100	$\text{Bi}_2\text{GdFe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	25	2200	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例7	650	2	490	800	$\text{Bi}_2\text{Y}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	17	1600	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例8	550	4	440	600	$\text{Bi}_2\text{YFe}_2\text{O}_{12}$	イオンビーム	3×10^{-3}	鏡面	65	2800	NOO(111)	化学洗浄のみ
実施例9	680	3	410	950	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	120	3000	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例10	570	2	460	1200	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	イオンビーム	3×10^{-4}	やや白濁	110	2700	NOO(111)	化学洗浄のみ
実施例11	550	2	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	6×10^{-4}	鏡面	38	2900	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例12	550	0.5	400	1200	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	測定不能	2900	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例13	530	20	410	920	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	4×10^{-4}	やや白濁	測定不能	3100	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例14	650	2	600	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	130	1500	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例15	650	2	630	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	測定不能	1000	NOO(111)	プラズマ洗浄

第1表続き

番号	バッファ層		上地層		組成	スパッタ法	ガス圧 (Torr)	表面	弾性損失 (dB/cm)	フアラデー回転 at 1.55 μ m (deg/cm)	基板	基板の前処理
	形成温度 (°C)	膜厚 (nm)	形成温度 (°C)	膜厚 (nm)								
実施例16	550	95	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	鏡面	70	3200	NOO(111)	プラズマ洗浄
実施例17	550	120	400	800	$\text{Bi}_2\text{Fe}_2\text{O}_{12}$	ECR	3×10^{-4}	やや白濁	120	3000	NOO(111)	プラズマ洗浄

(発明の効果)

以上説明したように、本発明による形成方法によれば、高濃度B1置換ガーネット等の高性能材料薄膜でも、スパッタ法を用いて、再現性よく表面平滑性に優れた状態で形成できるという利点がある。

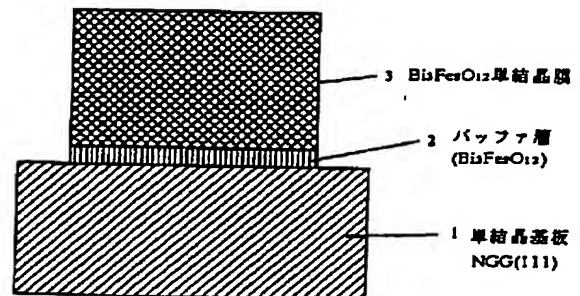
この結果、膜面に垂直に入射した透過光の散乱損失、および光導波時の散乱損失を低減できる効果もある。

図面の簡単な説明

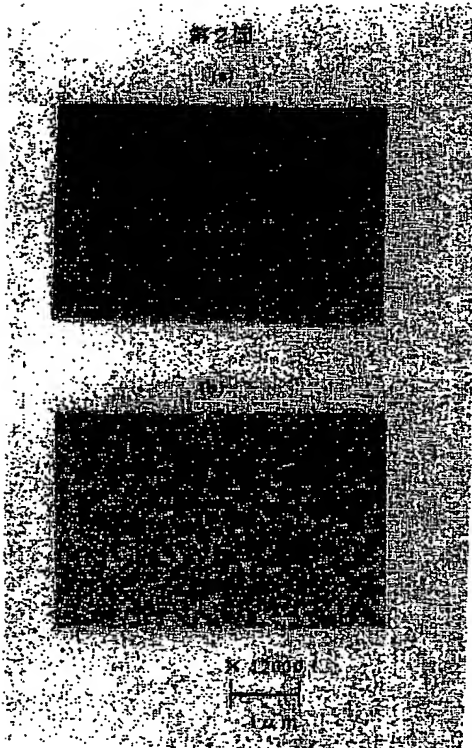
第1図は本実施例1に対応した形成法により得られたガーネット薄膜の構造模式図、第2図はバッファ層の有無による膜表面モロロジーの差異であり、(a)が実施例1のバッファ層がある場合の膜の12000倍顕微鏡写真、(b)が比較例1の単層膜の12000倍顕微鏡写真である。

出願人代理人 雨宮 正季

第1図



第2図



手続補正書(方式)

平成2年5月29日

特許庁長官 吉田 文毅 殿

1. 事件の表示

平成2年 特許願 第25849号

2. 発明の名称

ガーネット薄膜の形成方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

氏 名(名称) (422) 日本電信電話株式会社

4. 代理人

〒102 003(264) 3566

住 所 東京都千代田区六番町13番地5

メゾンド六番町2階

氏 名(8271) 弁理士 雨宮 正季

特許 補正命令の日付

平成2年5月14日(発送日:平成2年5月29日)

補正の対象 明細書中「図面の簡単な説明」の欄

7. 補正の内容 別紙のとおり。

7. 内容

(1) 明細書第12頁第12行から第17行「
第2図は……である。」を「第2図(a)は実施
例1の結晶の構造、第2図(b)は比較例1の結
晶の構造である。」と訂正する。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.